

RARE-EARTH MAGNET OF HIGH ELECTRIC RESISTANCE AND MANUFACTURE THEREOF

A2

Patent number: JP10321427
Publication date: 1998-12-04
Inventor: FUJIMORI NOBUHIKO; ENDO MINORU
Applicant: HITACHI METALS LTD
Classification:
- international: H01F1/08; B22F3/14; C22C38/00; H01F41/02
- european:
Application number: JP19970143169 19970516
Priority number(s):

Abstract of JP10321427

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a high electric resistance and a good durability to solvent, by binding rare-earth magnet powder particles using silicon oxide and/or aluminum oxide particles.

SOLUTION: Nd-Fe-B isotropic magnet powder formed by an ultra-rapid cooling method is used. A liquid inorganic binder formed by dispersing SiO₂ particles with an average grain size of 10-100 nm in a solution adjusted at pH 8-12 is prepared. Then, the magnet powder adjusted to approximately 500 μ m or less and the inorganic binder are kneaded, and dehydration and drying are carried out by a rotary pump at room temperatures. Next, the resultant material is crushed by a disk mill. After pure water of pH 7-12 is added to the crushed material powder, the material powder is molded. The compact thus obtained is hardened in a N₂ flow under a heating condition of room temperatures to 200 deg.C, thus providing a bulk-like rare-earth magnet of high electric resistance.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-321427

(43) 公開日 平成10年(1998)12月4日

(51) Int.Cl.⁸ 識別記号

H 0 1 F 1/08

B 2 2 F 3/14

C 2 2 C 38/00

H 0 1 F 41/02

3 0 3

F I

H 0 1 F 1/08

C 2 2 C 38/00

H 0 1 F 41/02

B 2 2 F 3/14

A

3 0 3 D

G

審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平9-143169

(22) 出願日 平成9年(1997)5月16日

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72) 発明者 藤森 信彦

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式
会社磁性材料研究所内

(72) 発明者 遠藤 実

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式
会社磁性材料研究所内

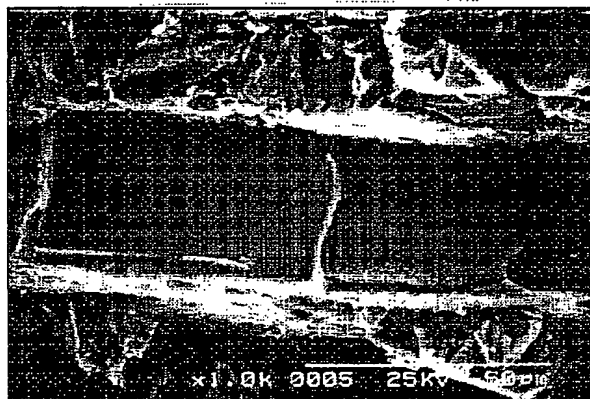
(54) 【発明の名称】 高電気抵抗希土類磁石およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 実用に供し得る磁気特性を維持しながら高い電気抵抗と良好な耐溶媒性とを備えた高電気抵抗希土類磁石およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 希土類磁石粉末粒子をSiO₂および／またはAl₂O₃粒子で結着したことを特徴とする高電気抵抗希土類磁石。

図面代用写真



10 μm

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 希土類磁石粉末粒子を SiO_2 および／または Al_2O_3 粒子で結着したことを特徴とする高電気抵抗希土類磁石。

【請求項 2】 希土類磁石粉末粒子が SiO_2 および／または Al_2O_3 粒子で被覆されているとともに、その被覆厚みが $1 \sim 10 \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項 1 に記載の高電気抵抗希土類磁石。

【請求項 3】 請求項 1 または 2 に記載の高電気抵抗希土類磁石の表面が希土類磁石粉末粒子の耐食性を向上させる樹脂で被覆されていることを特徴とする高電気抵抗希土類磁石。

【請求項 4】 希土類磁石粉末が $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ 相、Rリッチ相を有した超急冷磁石粉末、 $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ を主相とした異方性磁石粉末、R-Co系磁石粉末のうちのいずれか 1 種または 2 種以上であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の高電気抵抗希土類磁石。

【請求項 5】 希土類磁石粉末に対して液状無機バインダーを添加し混練後、その混練スラリーを乾燥し、続いてその乾燥したものを粉碎した粉末を成形し、さらにその成形体を室温から 200°C の温度範囲において硬化させることを特徴とする高電気抵抗希土類磁石の製造方法。

【請求項 6】 液体無機バインダーが粒径 $10 \sim 100 \text{ nm}$ の微細な SiO_2 および／または Al_2O_3 粉末粒子を $\text{pH} 8 \sim 12$ に調整した水溶液中に分散させたものであり、混練スラリーを室温における真空脱水で乾燥させるとともに、成形時に前記粉碎粉に対して $\text{pH} 7 \sim 12$ の水溶液、アルコール、アセトンのいずれかを添加することを特徴とする請求項 5 に記載の高電気抵抗希土類磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高い電気抵抗を有した希土類磁石およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より永久磁石界磁式回転電機には、安価なフェライト磁石が多用されてきたが、近年の回転電機の小型化・高性能化の要求に伴い、より高性能な希土類磁石の使用量が年々増加してきている。代表的な希土類永久磁石としては Sm-Co 系磁石、 Nd-Fe-B 系磁石が挙げられ、さらなる高性能化が進行している。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら希土類磁石は金属磁石である為に電気抵抗が低く、回転電機に組み込んだ場合渦電流損失が増大し、モータ効率を低下させるという問題が発生する。そこで界磁用希土類磁石自体の電気抵抗を高める提案がなされている。例えば樹脂バインダーを使用した Nd-Fe-B 系希土類ボンド磁石の電気抵抗は $10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ オーダーであり Nd-Fe-B

B 系希土類焼結磁石と比較して 2 オーダー高い電気抵抗を有しているが、冷凍機などのコンプレッサ用モータに使用した場合冷媒として用いる代替えフロン等により樹脂バインダーが劣化する耐溶媒性が悪い問題がある。また特開平 5-121220 号には、ボンド磁石粉をソル・ゲル法等により無機バインダーをコートした後に成形金型中で直接圧縮通電し、フル密度磁石を得る方法が提案されている。しかし、このものは磁石を硬化する際に無機バインダーのガラス転移温度（約 500°C ）以上の加熱を必要とする為にバインダーとの反応等による磁粉の劣化が進行し、実用に供し得るに十分な磁気特性と高い電気抵抗とを具備することは困難である。したがって本発明の課題は、実用に供し得る磁気特性を維持しながら高い電気抵抗と良好な耐溶媒性とを備えた高電気抵抗希土類磁石およびその製造方法を提供することである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決した本発明は、希土類磁石粉末粒子を SiO_2 および／または Al_2O_3 粒子で結着したことを特徴とする高電気抵抗希土類磁石である。したがって、樹脂バインダーを用いた希土類ボンド磁石で問題となる耐溶媒性を大きく改善することができる。本発明では、希土類磁石粉末粒子が SiO_2 および／または Al_2O_3 粒子で被覆されているとともにその被覆厚みが $1 \sim 10 \mu\text{m}$ であるように構成すると、高い電気抵抗を獲得できると同時に単位体積に占める希土類磁石粉末粒子の比率の減少を小さく抑えることが可能で高い磁気特性を維持できるので好ましい。被覆厚みが $1 \mu\text{m}$ 未満では希土類磁石粉末粒子間の絶縁性が顕著に低下し、 $10 \mu\text{m}$ を越えると磁石体積率が減少して過度の磁気特性低下を伴うので好ましくない。また、本発明の高電気抵抗希土類磁石の表面が希土類磁石粉末粒子の耐食性を向上させる樹脂（例えばフッ素樹脂等。）で $5 \sim 100 \mu\text{m}$ の被覆厚みで被覆されると、希土類磁石粉末が $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ 相、Rリッチ相を有した超急冷磁石粉末、 $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ を主相とした異方性磁石粉末、R-Co系磁石粉末のうちのいずれか 1 種または 2 種以上である場合でも耐食性を改善可能である。 $5 \mu\text{m}$ 未満では耐食性付与が困難であり、 $100 \mu\text{m}$ を越えると所定の寸法公差に形成できない場合があるので好ましくない。

【0005】 次に、本発明は、希土類磁石粉末に対して液状無機バインダーを添加し混練後、その混練スラリーを乾燥し、続いてその乾燥したものを粉碎した粉末を成形し、さらにその成形体を室温から 200°C の温度範囲において硬化させることを特徴とする高電気抵抗希土類磁石の製造方法である。本発明では、液体無機バインダーが粒径 $10 \sim 100 \text{ nm}$ の微細な SiO_2 および／または Al_2O_3 粉末粒子を $\text{pH} 8 \sim 12$ に調整した水溶液中に分散させたものであり、混練スラリーを室温における真空脱水で乾燥するとともに、成形時に前記粉碎粉に対して $\text{pH} 7 \sim 12$ の水溶液、アルコール、アセトンのいずれか

を添加することが好ましい。本発明者等は、例えば $R_2T_{14}B$ 相または R_2T_{17} 相を有する磁石粉末（但し R は Y を含む希土類元素のうち少なくとも１種、 T は Fe または Co を主体とする遷移金属のうちの少なくとも１種）に対し、液状無機バインダーを添加・混練し、その混合スラリーを乾燥・粉碎した後に成形し $200^{\circ}C$ 以内の温度範囲において硬化することにより、 $10^{-2}\Omega \cdot cm$ 以上の電気抵抗率を有し耐溶媒性の高いバルク状希土類磁石およびその製造方法を見出した。この液状無機バインダーは、粒径 $10 \sim 100 \mu m$ の微細 SiO_2 および／または Al_2O_3 粉末粒子を $PH8 \sim 12$ に調整した水溶液中に分散させたいわゆるコロイダルシリカおよび／またはコロイダルアルミナであり、磁石粉末の R 元素との反応を避けるため $200^{\circ}C$ 以下で硬化させる（磁石粉末を結着させる）ことが好ましい。

【0006】原料である希土類磁石粉末は、例えば $R_2T_{14}B$ 相、 R リッチ相を有する超急冷磁石粉末、 $R_2T_{14}B$ 主相を含む異方性磁石粉末、 $R-Co$ 系磁石粉末のいずれかをディスクミル等で粉碎し、粒径を $500 \mu m$ 以下に調整したものを使用する。次に得られた磁石粉末に対して、上記粒径範囲の微細な SiO_2 および／または Al_2O_3 粉末が分散している液状無機バインダーを添加・混練し、室温においてロータリポンプ等により脱水・乾燥する。なお希土類磁石粉末と液状無機バインダーとの混合比により、電気抵抗率、磁気特性、強度等が変化するので、この混合比は用途に応じて適宜選択すれば良い。例えば乾燥後の原料を、再度ディスクミル等で粉碎し粒径を $88 \sim 500 \mu m$ にふるい分けた後に所定の成形金型内に挿入し、等方性磁粉を使用の場合は無磁場で、異方性磁粉を使用の場合は磁場中において所定の形状に成形する。なお成形金型内に給粉後、原料粉砕粉に対して $PH7 \sim 12$ の水溶液、アルコール、アセトンのいずれかを $10 \sim 15wt\%$ 添加することで得られる希土類磁石の強度と電気抵抗率が大きくなる。これは、乾燥により接着能力の低下した無機バインダー成分を再度溶解させることで、（１）原料粉間の接合力を高める、（２）粉碎工程において生じた活性な希土類磁石粉末の非被覆面を再度被覆する、という２つの効果が生じるためである。こうして得られた成形体を真空または窒素等の不活性ガスフロー中において熱硬化処理を行う。加熱温度は希土類磁石粉末の R 元素との反応を避けるため室温 $\sim 200^{\circ}C$ とすることが好ましい。以

上の工程を経て実用に供し得る高い電気抵抗率と磁気特性と耐溶媒性を備えた希土類磁石が得られる。さらに、本発明によれば、従来の樹脂バインダーで結着した希土類ボンド磁石を凌駕する機械的強度の高電気抵抗希土類磁石を提供できる。

【0007】

【発明の実施の形態】以下実施例により本発明を説明するが、下記実施例により本発明が限定されるものではない。

（実施例１）原料磁粉として $Nd_{11.9}Fe_{61}Co_{5.6}B_{5.3}Zr_{0.04}$ (at%)の組成を有する超急冷法によるMQI社製Nd-Fe-B系等方性磁石粉末（B材）を用いた。また、 $PH12$ に調整した水溶液中に平均粒径 $20 nm$ の SiO_2 粒子を分散させた液状無機バインダー（ SiO_2 含有量 $35.4wt\%$ ）を準備し、以下の工程で本発明の高電気抵抗希土類磁石を製造した。まず、（上記磁粉を粒径 $500 \mu m$ 以下に調整したもの）：（上記液状無機バインダー）＝ $100:15$ の重量比で秤量後、両者を混練し、室温 $20^{\circ}C$ においてロータリポンプにより脱水・乾燥した。なお乾燥後のものは半硬化状態にある為、ディスクミルにて粉碎し成形可能な粉砕原料粉とした。次にこの粉砕原料粉に対して $PH8$ の純水を $10wt\%$ 添加した後に、成形圧 $8 ton/cm^2$ において成形し、得られた成形体を N_2 フロー中において $95^{\circ}C \times 2.5h + 150^{\circ}C \times 2.5h$ の加熱条件で硬化処理を施しバルク状の高電気抵抗希土類磁石とした。表１に得られたこのバルク状磁石の代表的な密度、および $20^{\circ}C$ における電気抵抗率と磁気特性と圧壊強度の測定結果を示す。また、図１にこのバルク状磁石の代表的な破面を走査電子顕微鏡により観察した組織を、図２には図１に対応したスケッチを示す。また、圧壊強度の測定は図３に示す測定条件で行った。圧壊強度測定用試料を直径（ d ） $10.2 mm$ 、厚み（ t ） $7 mm$ の円柱状に形成し、この試料の径方向から加圧力 F （ kgf ）を加え、破壊に至る最大加圧力 F_{max} （ kgf ）に対して、（圧壊強度）＝ $(F_{max}) \div (d \times t)$ で定義した。

（比較例１）実施例１の磁粉をエポキシ樹脂で結着した従来の樹脂ボンド磁石に対して実施例１と同様にして評価した結果を表１に併記した。

【0008】

【表１】

	Br (kG)	iHc (kOe)	電気抵抗率 ($\Omega \cdot cm$)	圧壊強度 (kg/cm^2)	密度 (g/cm^3)
実施例 1	6.5	11.9	5.0×10^{-2}	900	6.0
比較例 1	6.4	12.1	1.7×10^{-2}	610	5.8

【0009】表１より、本発明品（実施例１）の電気抵抗率は $10^{-2}\Omega \cdot cm$ のオーダーであり、Nd-Fe-B系焼結磁石に比べ 100 倍以上の値である。これは図１および図２

から明らかなように、上記液状無機バインダーが希土類磁石粉末粒子と良好な濡れ性を有し混練されることで希土類磁石粉末粒子表面を無機バインダーが $1 \sim 10 \mu m$

厚みに薄くほぼ均一に被覆した結果、希土類磁石粉末粒子間の絶縁性を良好に維持するとともに、単位体積に占める希土類磁石分の体積比率の低下を小さく抑えて実用に供し得る磁気特性を確保することができているためと判定される。また、この実施例1のバルク状磁石表面全体をフッ素樹脂（ポリテトラフルオロエチレン）で被覆平均厚み30 μ mにコーティングしたものをを用いたコンプレッサ用モータでは良好な耐溶媒性を示した。実施例1に対して比較例1のものは磁気特性は同等であるが、電気抵抗率は約1/3倍、圧壊強度は約2/3となっている。また、この比較例1のボンド磁石を用いたコンプレッサ用モータでは使用とともにそのボンド磁石の樹脂バインダーの劣化が進行していた。上記の通り、本発明の高電気抵抗希土類磁石は、樹脂バインダーを用いた従来の希土類ボンド磁石では対応できない過酷な耐溶媒性が要求される用途、さらには高い機械的強度を要求され

る用途に有用なものである。

【0010】（実施例2）原料磁粉としてNd_{12.5}Fe₈₁C_{017.5}B_{6.6}Ga_{0.2}Zr_{0.1}Si_{0.1}(at%)の組成を有するMQI社製Nd-Fe-B系異方性磁石粉末（水素吸脱法によるR₂Fe₁₄B系異方性磁石粉末）を用いた。また、無機バインダーとして実施例1のSiO₂系液状無機バインダーを選択し、成形条件を成形圧8ton/cm²、印加磁界11.5kOeの横磁場成形とした以外は実施例1と同様にしてバルク状磁石を製造し、得られたバルク状磁石の密度、電気抵抗率、磁気特性、圧壊強度を測定した結果を表2に示す。

（比較例2）実施例2の原料磁粉をエポキシ樹脂で結着した従来の樹脂ボンド磁石に対して実施例2と同様にして評価した結果を表2に併記した。

【0011】

【表2】

	Br (kG)	iHc (kOe)	電気抵抗率 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	圧壊強度 (kg/cm ²)	密度 (g/cm ³)
実施例2	8.8	18.6	6.8×10^{-2}	790	6.1
比較例2	8.6	18.0	1.7×10^{-2}	640	6.0

【0012】表2より、実施例2のものは比較例2に比べてBr、iHc、電気抵抗率、圧壊強度が高いことがわかった。

【0013】（実施例3）原料磁粉としてSm_{10.7}Co_{53.7}Fe_{28.5}Cu_{5.6}Zr_{1.43}(at%)の組成を有する2-17型Sm-Co系磁石粉末を用いた。また、無機バインダーとしてはPH8に調整した水溶液中に30nmのAl₂O₃粒子を分散させたAl₂O₃系液状無機バインダー（Al₂O₃含有量7.9wt%）を選択し、混合重量比は（前記液状無機バインダー）：

（前記磁粉）＝1：1とし、成形条件は印加磁界11.5kOe、成形圧8ton/cm²における横磁場成形とした以外は実施例1と同様にしてバルク状磁石を製作し、評価した密度、電気抵抗率、磁気特性、圧壊強度の値を示す。

（比較例3）実施例3の原料磁粉をエポキシ樹脂で結着した従来の樹脂ボンド磁石に対して実施例3と同様の評価を行った結果を表3に併記した。

【0014】

【表3】

	Br (kG)	iHc (kOe)	電気抵抗率 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	圧壊強度 (kg/cm ²)	密度 (g/cm ³)
実施例3	8.8	16.6	4.4×10^{-2}	480	6.3
比較例3	8.1	16.7	1.5×10^{-2}	310	6.1

【0015】表3より、比較例3に比べて実施例3のものが優れていることが明らかである。

【0016】

【発明の効果】上記の通り、本発明の高電気抵抗希土類磁石は、絶縁層を構成する非磁性の無機バインダーが希土類磁石粉末粒子の表面全体を薄く被覆しかつその磁石粉末粒子同士を強固に結着しているので、良好な絶縁性とともバルク状磁石に占める磁石体積分の減少率を小さく抑えられる結果磁気特性の低下を小さく抑えることができている。また、樹脂バインダーを用いていないの

で耐溶媒性に優れるとともに、高い機械的強度を有した有用なものである。したがって、本発明の高電気抵抗希土類磁石は上記のコンプレッサ用モータに代表される耐溶媒性の過酷な用途や、回転電機の渦電流対策用途に極めて有効である。

【図面の簡単な説明】

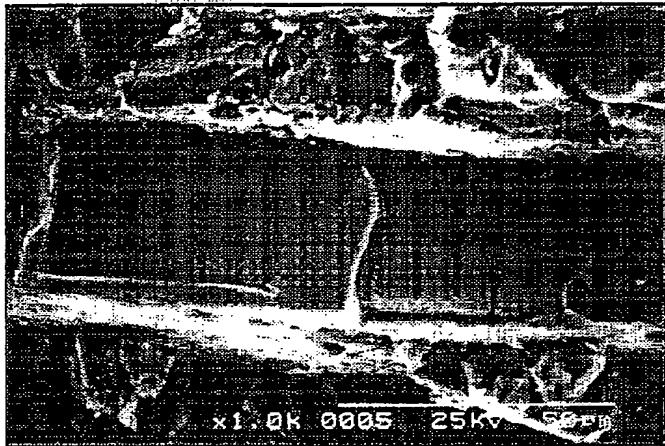
【図1】本発明の高電気抵抗希土類磁石の破断面の金属組織である。

【図2】図1に対応したスケッチである。

【図3】圧壊強度の測定方法を説明する図である。

【図 1】

図面代用写真

10 μ m

【図 2】

無機バインダー粒子



【図 3】

